

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-96327

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)5月2日

C 03 B 8/02

7344-4G

C 01 B 33/14

6526-4G

// C 03 B 20/00

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 ソルの調整方法

⑮ 特 願 昭60-235563

⑯ 出 願 昭60(1985)10月22日

⑰ 発 明 者	青 木	三 喜 男	諏訪市大和3丁目3番5号	株式会社諏訪精工舎内
⑱ 発 明 者	神 戸	貞 男	諏訪市大和3丁目3番5号	株式会社諏訪精工舎内
⑲ 発 明 者	森	禎 一 郎	諏訪市大和3丁目3番5号	株式会社諏訪精工舎内
⑳ 発 明 者	池 尻	昌 久	諏訪市大和3丁目3番5号	株式会社諏訪精工舎内
㉑ 発 明 者	内 山	正 一	諏訪市大和3丁目3番5号	株式会社諏訪精工舎内
㉒ 出 願 人	セイコーエプソン株式		東京都新宿区西新宿2丁目4番1号	
	会社			
㉓ 代 理 人	弁理士 最 上	務		

明 細 書

1. 発明の名称 ソルの調整方法

2. 特許請求の範囲

アルキルシリケート及び微粉末シリカを主原料として用いるゾルーゲル法におけるゾル調整において、微粉末シリカを前もつて水に分散させた後アルキルシリケートを加え加水分解することを特徴とするゾルの調整方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、ゾルーゲル法におけるゾルの調整方法に関する。

〔発明の概要〕

本発明は、ゾルーゲル法におけるゾル調整において、微粉末シリカを前もつて水に分散させた後アルキルシリケートを加え加水分解することにより、ゾルの粒度を落とすに要する超音波照射の時

間を短くし、ゾル調整に要する時間を短縮したものである。

〔従来の技術〕

アルキルシリケートおよび微粉末シリカを主原料として用いるゾルーゲル法による石英ガラス製造方法は、高品質なガラスを安価に製造できるため、非常に注目されている。

従来のゾルーゲル法によるゾルの調整方法は、アルキルシリケート、微粉末シリカ及び水を同時に混合し、攪拌、超音波照射を行いながら加水分解を行い、加水分解終了後もゾルの粒度がある一定の値に下がるまで攪拌及び超音波照射を続けた。

〔発明が解決しようとする問題点及び目的〕

しかし、従来のアルキルシリケート、微粉末シリカ及び水を同時に混合して加水分解を行うという方法においては、次のような理由により、ゾルの粒度を落とすための攪拌、超音波照射に要する時間が長くなる。アルキルシリケート及び水の溶液中に微粉末として混合されたSiO<sub>2</sub>粒子は、溶液に吸着されると、溶液にSiO<sub>2</sub>粒子がなじむ前

に凝集してしまう。また、溶液にアルキルシリケートが含まれているために、アルキルシリケートの粘性により、 $\text{SiO}_2$  粒子が溶液中に分散されにくく、 $\text{SiO}_2$  粒子のかたまりも大きなものとなりやすい。また、 $\text{SiO}_2$  粒子が十分に分散される以前にアルキルシリケートの加水分解が行われ、加水分解によつて生じた  $\text{Si}-\text{OH}$  分子は縮合を行い  $\text{SiO}_2$  分子になる。この  $\text{SiO}_2$  分子は、最初から微粉末として加えられた  $\text{SiO}_2$  粒子を核にして成長していく。この時点で、超音波照射による分散の効果は、 $\text{SiO}_2$  粒子の成長によりうち消された状態になり、超音波照射のききめはあまり見られない。その結果攪拌、超音波照射に要する時間が長くなる。

また、 $\text{SiO}_2$  粒子が分散されにくい点から、最終的に  $\text{SiO}_2$  が分散されず粘度が完全に落ちない場合が生じてくる。その結果、アルキルシリケート、微粉末シリカ等の原料の無駄が生じる。

本発明は、このような問題点を解決するもので、その目的とするところは、常に同じ状態のゾルを

量産性良く得るところにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明のゾル調整方法は、微粉末シリカを前もつて必要量の水に分散させた後、アルキルシリケートを加え加水分解をすることを特徴とする。

〔作用〕

ゾルの調整において、アルキルシリケート、微粉末シリカ及び水を同時に混合し、攪拌、超音波照射を行いながら加水分解をして、その後も攪拌超音波照射を続けてゾルを得る方法においては、微粒子である  $\text{SiO}_2$  粒子は、溶液に侵されると凝集しやすく、ましてアルキルシリケートにより粘度が高まつて分散されにくくなる。その結果、 $\text{SiO}_2$  粒子の分散に要する時間は長く要求され、時には分散されずに終わつてしまう場合も生じ兼ねない。

本発明では、このような問題を避けるために、あらかじめ  $\text{SiO}_2$  粒子を必要量の水に分散させておく。 $\text{SiO}_2$  粒子は、水に侵されると最初は従来の方法と同様凝集し、粒径は大きくなる。しかし

$\text{SiO}_2$  粒子は水になじみやすく、また水の粘性がそれほど高くないために、攪拌、超音波照射により分散が容易に行なわれる。こうして得られた分散液とアルキルシリケートを混合し、塩酸を触媒に加水分解を行いゾルを得る。加水分解が行なわれる前、 $\text{SiO}_2$  粒子の粒径は分散液における  $\text{SiO}_2$  粒子の粒径であり、加水分解が行われ、 $\text{SiO}_2$  分子の縮合が起こつても、本来の  $\text{SiO}_2$  粒子の粒径が小さいために、全体の粒径もそれほど大きくなり、短時間の攪拌、超音波照射により、望みの粒径のゾルが得られる。また、分散液の時点での粒径にゾルの粒径が必ず落ちる保証があるため、分散液の段階で望みの粒径にまで分散させれば容易にゾルが得られる。また、万が一、分散液の段階で粒径が落ちず、望みの分散液が得られなかつたとしても、その損失は最小限に押さえることが可能となる。

〔実施例〕

微粉末シリカ 231g と水 569g、さらに市販のエチルシリケート ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) 800ml、

0.3N の塩酸 3000 を用い、次の二通りの方法で平均粒径 0.15  $\mu\text{m}$  のゾルを得た。

(1) 微粉末シリカ 231g を水 569g に流し込み、攪拌、超音波照射を続けて平均粒径 0.15  $\mu\text{m}$  の分散液を得た。これにエチルシリケート ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) 800ml と 0.05N 塩酸 3000 を加え、加水分解を行い、加水分解後、攪拌、超音波照射を繰り返し行い平均粒径 0.15  $\mu\text{m}$  のゾルを得た。

(2) 微粉末シリカ 231g と水 569g、さらにエチルシリケート ( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) 800ml を同時に混合し、これに 0.05N 塩酸 3000 を加え、攪拌、超音波照射を行いながら加水分解を行い、加水分解後も攪拌、超音波照射を行い、平均粒径 0.15  $\mu\text{m}$  のゾルを得た。

(1) の方法においては、微粉末シリカと水の混合 5 分、分散液の超音波照射 50 分、エチルシリケート添加 3 分、加水分解 40 分、加水分解後の攪拌、超音波照射 60 分を要した。この手順の間の  $\text{SiO}_2$  粒子の粒径は、第 1 図に示すような変化を示し、全工程 158 分で望みの粒径 0.15  $\mu\text{m}$  の

ゾルを得た。

(2)の方法においては、微粉末シリカと水、エチルシリケートの混合8分、加水分解40分、加水分解後の攪拌、超音波照射210分を要した。またこの間の810。粒子の粒径は、第2図に示すような変化を示し、全工程258分で望みの粒径0.15 $\mu$ mのゾルを得た。

〔発明の効果〕

以上述べたように、本発明によるゾル調整の手順にてゾルの調整を行うことにより、810。粒子が水に分散されやすく、目的の粒径の分散液を容易に得ることができ、また、そのため加水分解後の粒径も大きくならず短時間の攪拌、超音波照射により容易に目的のゾルが得られる。したがって、この方法により均質のゾルが量産性良く得ることが可能となる。またこのような均質なゾルにより得られるガラスも均質なガラスとなり、ゾルーゲル法によるガラス製造の均質化、強度性を改善したものと云える。こうしてできたガラスは、一般的に広く使われているガラス器具はもちろんのこ

と、高純度、高精度を必要とする光ファイバー用ジャケット管としても応用できる。

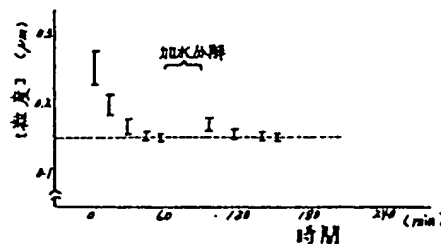
4. 図面の簡単な説明

第1図に実施例に述べた(1)の方法(本発明の方法)にてゾル調整を行つた時の粒径の経時変化図を示す、第2図に実施例の(2)の方法(従来の方法)にてゾル調整を行つた時の粒径の経時変化図を示す。

以 上

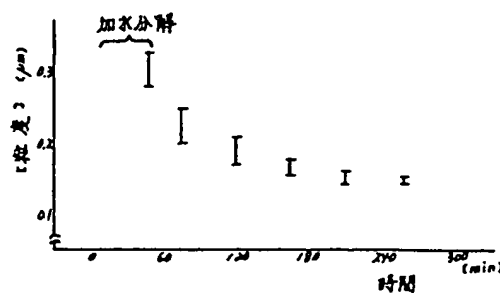
出願人 株式会社源紡精工舎

代理人 弁理士 最 上 務



粒径分布経時変化図

第 1 図



粒径分布経時変化図

第 2 図